

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-134210

(43)Date of publication of application : 23.05.1995

(51)Int.Cl.

G02B 5/30

(21)Application number : 05-283091

(71)Applicant : KURABO IND LTD

(22)Date of filing : 12.11.1993

(72)Inventor : MIYASOTO SEIKI
ITAGAKI SENJI
NAKASAKI MASAHIRO
MAEKAWA KEIICHI

(54) PRODUCTION OF POLARIZING FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To adsorb sufficient amts. of iodine and dichromatic coloring matter on a hydrophilic polymer film in a short time by swelling an oriented hydrophilic polymer film with an aq. swelling agent, applying a specified soln. on the film and ageing the film.

CONSTITUTION: An oriented hydrophilic polymer film is swollen by an aq. swelling agent, a soln. contg. iodine and/or a dichromatic coloring matter is applied on the film, and the film is aged. Otherwise, the film is swollen by an aq. swelling agent, a soln. contg. iodine and/or a dichromatic pigment is applied on the film, the film is aged, and the film treated to be oriented in the respective stages or after ageing. In this case, any oriented film formed by the different processes can be used as a hydrophilic polymer film to form the polarizing film.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-134210

(43) 公開日 平成 7 年 (1995) 5 月 23 日

(51) Int.Cl. ⁶ G 0 2 B 5/30	識別記号	庁内整理番号 9018-2K	F I	技術表示箇所
---	------	-------------------	-----	--------

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平5-283091	(71) 出願人	000001096 倉敷紡績株式会社 岡山県倉敷市本町 7 番 1 号
(22) 出願日	平成 5 年 (1993) 11 月 12 日	(72) 発明者	宮外 清貴 大阪府寝屋川市下木田町14番 5 号 倉敷紡績株式会社技術研究所内
		(72) 発明者	板垣 暹治 大阪府寝屋川市下木田町14番 5 号 倉敷紡績株式会社技術研究所内
		(72) 発明者	中崎 正広 大阪府寝屋川市下木田町14番 5 号 倉敷紡績株式会社技術研究所内
		(74) 代理人	弁理士 青山 葆 (外 1 名) 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 偏光フィルムの製法

(57) 【要約】

【目的】 偏光フィルムを短時間で効率よく得る方法を提供する。

【構成】 親水性高分子フィルムを水性膨潤剤で膨潤処理し、これに沃素や二色性色素を含む塗布液を塗布し、次いで熱成処理する。フィルムの配向は予め行うか、あるいは各処理工程中もしくは最終の熱成処理後に行う。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 配向処理した親水性高分子フィルムを水性膨潤剤で膨潤処理し、これに沃素および／または二色性色素を含有する溶液を塗布し、次いで熱成処理することを特徴とする偏光フィルムの製法。

【請求項 2】 親水性高分子フィルムを水性膨潤剤で膨潤処理し、これに沃素および／または二色性色素を含有する溶液を塗布し、次いで熱成処理し、それらの工程中、または熱成処理後に、配向処理することを特徴とする偏光フィルムの製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は偏光フィルムの製法に関する。

【0002】

【従来技術】 従来、偏光フィルムは親水性高分子フィルムに偏光素子として沃素や二色性色素を含む水溶液中に浸漬し、沃素や二色性色素を吸着配向させて製造している。しかしながらこの方法では水溶液中の沃素や二色性色素の濃度が経時的に変動するため、煩雑な濃度管理が必要であり、また浸漬法であるため、任意のパターンに偏光性能を付与したり、複数の色調を有する多色性偏光フィルムが得られない。

【0003】 そこでこれらを解決する製造方法として、一軸延伸親水性高分子フィルムに沃素や二色性色素を含有する溶液を塗布した後、加湿処理を行い吸着配向させる方法が提案されている(特開昭58-85405号公報)。しかしながら、溶液塗布法は、親水性高分子フィルムへの沃素や二色性色素の吸着が悪く、十分な吸着量が得られにくい問題がある。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は上記塗布法において短時間に十分な量の沃素や二色性色素を親水性高分子フィルムに吸着させるための手段を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明の特徴は上記フィルムに沃素および／または二色性色素の溶液を塗布してフィルムを染色する方法において染色前にフィルムを予め膨潤処理することにより、塗布染色法の欠点である染色性を向上させることにある。

【0006】 即ち、本発明は配向処理した親水性高分子フィルムを水性膨潤剤で膨潤処理し、これに沃素および／または二色性色素を含有する溶液を塗布し、次いで熱成処理することを特徴とする偏光フィルムの製法、または親水性高分子フィルムを水性膨潤剤で膨潤処理し、これに沃素および／または二色性色素を含有する溶液を塗布し、次いで熱成処理し、それらの工程中、または熱成処理後に、配向処理することを特徴とする偏光フィルムの製法に関する。

【0007】 本発明において、偏光フィルムの原料となる親水性高分子フィルムは予め配向処理した親水性高分子フィルムを用いてもよく、あるいは後の処理工程中のいずれか、または熱成処理後にフィルムを配向処理してもよい。

【0008】 親水性高分子フィルムとしては従来偏光フィルム製造用に用いられてきた高分子フィルムであればいずれでもよいが、典型的にはポリビニルアルコール系フィルム、部分ホルマール化ポリビニルアルコール系フィルム、エチレン-酢酸ビニル共重合体酸化物(EVOH)フィルムなどがある。

【0009】 配向処理は典型的には一軸延伸処理により行う。延伸は加熱空気、水、あるいは硼酸などのゲル化剤を含む水溶液中で行う。延伸倍率は2-8倍、好ましくは2-5倍が適当である。

【0010】 配向処理は予め配向処理した親水性高分子フィルムを使用してもよく、あるいは未配向親水性高分子フィルムを膨潤処理する前、膨潤処理工程中、染色工程その前後、熱成処理工程中、または熱成処理後に行ってもよい。通常、工程の便利さから予め配向処理した親水性高分子フィルムを用いるか、熱成処理後に延伸する。配向した親水性高分子フィルムは配向を維持するため、配向親水性高分子フィルムをゲル化剤、例えば硼酸の水溶液に浸漬してゲル化させてもよい。配向処理した親水性高分子フィルムは、その後の膨潤処理、染色処理、熱成処理、あるいは乾燥などの工程を緊張下で行なってもよい。

【0011】 配向処理は必ずしも一工程である必要はなく、必要に応じて複数回行なってもよい。膨潤処理は本発明の最も特徴的な工程であり、これによって染色時間を短縮でき、染料濃度を向上させることができ、従って染色性を改良できる。

【0012】 膨潤処理は水、膨潤剤、例えばメタノール、エタノール、アセトン等有機溶媒との混合水溶液、あるいはゲル化剤、例えば硼酸などの水溶液(水性膨潤剤)中に親水性高分子フィルムを浸漬することにより行う。膨潤処理温度は通常10-60℃、より好ましくは20-40℃である。10℃より低いと親水性高分子フィルム中への沃素および／または二色性色素の吸着速度が低下する。また60℃より高いと親水性高分子フィルムの強度が弱くなり、処理中に破断などの作業性低下の原因になる。処理時間は温度など他の条件によって異なるが、5秒以上、特に1-10分が好ましい。5秒より短いと膨潤が不十分となる。膨潤時間は膨潤による体積膨張が安定になるに必要な時間であればよく、通常、フィルム長さで約10-40%、特に20%前後、含水量でもとのフィルムの30-150重量%増、より好ましくは40-100重量%増程度に膨潤させるのが好ましい。配向した親水性高分子フィルムを使用したときは配向フィルムの収縮を防止するために緊張下で行う。ゲル

化剤水溶液を用いて配向を固定化してもよいが染色性が低下するため、ゲル化剤の使用は染色処理の後で行うほうが好ましい。

【0013】膨潤処理した親水性高分子フィルム表面に沃素および／または二色性色素を含有する塗布液を塗布する。

【0014】二色性色素の例は偏光フィルム製造用に使
用できる色素であればいずれでもよい。一般的には直接染料、酸性染料のごとき二色性染料が用いられる。特に直接染料は二色性が高いため有用である。直接染料としては、アゾ系染料、アントラキノン系染料、キノフタロン系染料、ペリレン系染料、ナフトキノン系染料、テトラジン系染料、ベンジジン系染料などを用いることができる。親水性高分子フィルム表面に吸着させる沃素や色素の量は色素の種類にもよるが、沃素では0.0001-1g/m²(フィルム表面)、より好ましくは0.01-0.1g/m²、色素では0.001-5g/m²(フィルム表面)、より好ましくは0.05-0.5g/m²になるようにする。そのための好適な塗布液は沃素含量約0.0001-1重量%、より好ましくは0.01-0.1重量%、色素含量約0.001-5重量%、より好ましくは0.05-0.5重量%である。また塗布液粘度は塗布温度20℃で10-100,000cps、より好ましくは500-5,000cpsである。塗布方法はバーコーター・コーティング、ロール・コーティング、グラビア・コーティング、ナイフコーター・コーティング、ダイコーター・コーティング、アプリケーター・コーティングなどが例示される。塗布液の粘度を調整するため適当なチクソトロピー剤、増粘剤、サギング剤などの他、安定剤、湿潤剤、拡張剤などを配合してもよく、ミネラル・ターベンなどを水に乳化剤で乳化した擦染用エマルジョンをベースに用いてもよい。沃素を用いるときはハイドロトロブ剤として沃化カリウムなどを配合してもよい。またグリセリン、エチレングリコール、エタノールなどの有機溶剤を配合してもよい。(直接染料や酸性染料を使用するときの説明があれば、後処理を含めて挿入してください)

【0015】熱成処理は恒温恒湿条件下で行うのが好ましい。好適な条件は30-80℃、1-99%RHで1-30分、好ましくは40-50℃、50-99%RHである。30℃以下、1%RH以下では染色性が悪く、80℃以上では親水性高分子フィルムの破断や溶解を生じる。なお、熱成処理は高湿度条件で行う方が好ましい。熱成処理においても十分な染色性は得られるが、熱成処理の方がより高い染色性が得られるため望ましい。

【0016】フィルムを洗浄して残留物を除去し、得られたフィルムがまだ配向処理されていないときは配向処理し、必要によりゲル化処理する。得られた偏光フィルムはそのままでは強度的に弱いため、その両面または片面に表面保護層として光学的に透明なフィルム、例え

ばトリアセチルセルロースフィルム、ポリカーボネートフィルム、ポリメチルメタクリレートフィルムなどを接着して偏光板とする。接着はアクリル系接着剤、ウレタン系接着剤、エポキシ系接着剤などを用いて行えばよい。

【0017】以下、実施例をあげて説明する。なお、実施例中の各染料名は、カラーインデックスジェネリックネームで表わす。

実施例1

10 厚さ75μmのポリビニルアルコールフィルムを、予め30℃の水中に10分間浸漬し、膨潤フィルムを得た。この膨潤フィルムの重量は約70%増加していた。このフィルムに直ちにC. I. ダイレクト・ブラック118を0.3重量%含むエマルジョン(1500-2000cps; ミネラル・ターベン40重量%、糊料10重量%、乳化剤10重量%、水39.7重量%)を160g/m²の坪量で均一にアプリケーターを用いて塗布した。これを40℃、98%RHにて3分間熱成処理した。糊剤を水洗除去した後、水中(20℃)で4倍に一軸延伸し、50℃で10分間乾燥し、二色性色素偏光フィルムを得た。

【0018】実施例2

厚さ75μmのポリビニルアルコールフィルムを30℃の水中で2.5倍に一軸延伸した。緊張下に保持しながら以下の膨潤、塗布および熱成処理を行った。膨潤処理は一軸延伸後のフィルムを乾燥することなく30℃の水中に10分間浸漬することにより行い、乾燥時に比べフィルム重量は約80重量%増加した。この膨潤フィルムに、C. I. ダイレクト・ブラック118 0.3重量%を含む実施例1で用いたのと同じエマルジョンを塗布し、40℃、98%RHにて3分間熱成処理を行った。水洗後、水中で初期フィルムの長さに対して4倍に一軸延伸を行い、50℃で10分間乾燥し、二色性色素偏光フィルムを得た。

【0019】実施例3

染料をC. I. ダイレクト・レッド81を用いた以外、実施例1と同様にして二色性色素偏光フィルムを得た。

【0020】実施例4

40 染料の代わりに沃素0.03重量%を用いた以外、実施例1と同様にして沃素系偏光フィルムを得た。

【0021】実施例5

塗布後の熱成処理を40℃、50%RH、3分間に変えた以外は、実施例1と同様にして二色性色素偏光フィルムを得た。

【0022】実施例6

塗布後の熱成処理を40℃、30%RH、3分間の熱成処理に変えた以外は、実施例1と同様にして二色性色素偏光フィルムを得た。

【0023】比較例1

膨潤処理を行わない以外、実施例1と同様の処理を行い、二色性色素偏光フィルムを得た。

【0024】比較例2

厚さ75 μ mのポリビニルアルコールフィルムを水中にて2.5倍に一軸延伸し、緊張下に保持しながら、50℃で10分間乾燥後、膨潤処理することなく、以下実施例2と同様にして二色性色素偏光フィルムを得た。

【0025】比較例3

膨潤処理を行わない以外、実施例3と同様にして二色性色素偏光フィルムを得た。

【0026】比較例4

膨潤処理を行わない以外、実施例4と同様にして沃素系偏光フィルムを作製した。

【0027】実施例7

実施例1-6および比較例1-4で得られた偏光フィルムの単体透過率および偏光度を以下に示す方法では測定し、その結果を表1に示す。最大吸収波長は、C. I.ダイレクト・ブラック 118を用いた実施例1、2、*

*5、6比較例1、2および4では680nm、C. I.ダイレクト・レッド81を用いた実施例3および比較例3では520nmである。

【0028】単体透過率：分光光度計にて1枚の偏光フィルムの可視領域における最大吸収波長での透過率を求めた。沃素系偏光フィルムでは、400-700nmの平均透過率を求めた。

【0029】偏光度：分光光度計にて2枚の偏光フィルムを、その主配向軸方向に重ね合わせたとき、並びに主配向軸方向が直交するように重ね合わせたときの分光曲線を求め、用いた二色性色素の最大吸収波長における透過率をそれぞれ T_1 、 T_2 とし、次式より偏光度 V を求めた。沃素系偏光フィルムでは、400-700nmの平均透過率をそれぞれ T_1 、 T_2 とした。

$$V = \{(T_1 - T_2) / (T_1 + T_2)\}^0.5 \times 100$$

【0030】

【表1】

		単体透過率 (%)	偏光度 (%)
実施例	1	35.1	86.6
	2	31.7	92.5
	3	45.8	77.9
	4	44.3	95.4
	5	42.7	74.2
	6	44.7	68.4
比較例	1	54.8	45.7
	2	67.3	24.3
	3	63.2	38.9
	4	染まらず(偏光フィルムが得られず)	

【0031】

【発明の効果】本発明方法により従来の塗布法における
ごとき十分な色素吸着が得られないと言った欠点が解消※

30※され、短時間で十分満足しうる色素吸着が達成できる。
従って効率的に偏光フィルムの製造ができる。

【手続補正書】

【提出日】平成7年2月10日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】二色性色素の例は偏光フィルム製造用に使用できる色素であればいずれでもよい。一般的には直接染料、酸性染料のごとき二色性染料が用いられる。特に直接染料は二色性が高いため有用である。直接染料としては、アゾ系染料、アントラキノン系染料、キノフタロン系染料、ペリレン系染料、ナフトキノ系染料、テトラジン系染料、ベンジジン系染料などを用いることができる。親水性高分子フィルム表面に吸着させる沃素や色素の量は色素の種類にもよるが、沃素では0.0001

-1g/m²(フィルム表面)、より好ましくは0.01-0.1g/m²、色素では0.001-5g/m²(フィルム表面)、より好ましくは0.05-0.5g/m²になるようにする。そのための好適な塗布液は沃素含量約0.0001-1重量%、より好ましくは0.01-0.1重量%、色素含量約0.001-5重量%、より好ましくは0.05-0.5重量%である。また塗布液粘度は塗布温度20℃で10-100,000cps、より好ましくは500-5,000cpsである。塗布方法はバーコーター・コーティング、ロール・コーティング、グラビア・コーティング、ナイフコーター・コーティング、ダイコーター・コーティング、アプリケーター・コーティングなどが例示される。塗布液の粘度を調整するため適当なチクソトロピー剤、増粘剤、サグング剤などの他、安定剤、湿潤剤、拡張剤などを配合してもよく、ミネラル・

(5)

特開平7-134210

ターベンなどを水に乳化剤で乳化した捺染用エマルジョンをベースに用いてもよい。沃素を用いるときはハイドロトロブ剤として沃化カリウムなどを配合してもよい。またグリセリン、エチレングリコール、エタノールなどの有機溶剤を配合してもよい。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正内容】

*

*【0015】熱成処理は恒温恒湿条件下で行うのが好ましい。好適な条件は30-80℃、1-99%RHで1-30分、好ましくは40-50℃、50-99%RHである。30℃以下、1%RH以下では染色性が悪く、80℃以上では親水性高分子フィルムの破断や溶解を生じる。なお、熱成処理は高湿度条件で行なう方が好ましい。低湿度条件においても十分な染色性は得られるが、高湿度条件の方がより高い染色性が得られるため望ましい。

フロントページの続き

(72)発明者 前川 恵一

大阪府寝屋川市下木田町14番5号 倉敷紡績株式会社技術研究所内